

I am including the English abstract.

WPI Acc No: 1996-349270/ 199635

Concentrating soln. of surfactant, partic. alpha sulpho fatty acid alkyl ester - by flash evapn. of soln., sepg. into vapour and conc. soln. mixing part of soln. with raw soln. and flash evaporating

Patent Assignee: LION CORP (LLOY)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No Kind Date Applicat No Kind Date Week

JP 8164301 A 19960625 JP 94332616 A 19941213 199635 B

Priority Applications (No Type Date): JP 94332616 A 19941213

Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

JP 8164301 A 6 B01D-001/00

Abstract (Basic): JP 8164301 A

Surfactant soln is concentrated by flash evapn. It is sepd. into vapour and conc. soln. A part of the conc. soln. is circulated and mixed with raw surfactant soln. The mixt. is concentrated by flash evapn. The ratio of the conc. soln. circuited back to the raw surfactant soln. maintained above 8.

The surfactant soln. pref. contains alpha-SF, 1-12C alcohol, and water.

USE/ADVANTAGE - Used for conc. alpha-sulpho fatty acid alkyl ester (alpha-SF) surfactant soln. Higher concn. alpha-SF free of alcohol and odour can be recovered economically.

In an example 100 pts. wt. alpha-SF, 30 pts. wt. MeOH, and 8.6 pts. wt. 35 % H2O2 were mixed at 809 deg.C for 20 min. 13.6% NaOH soln. was added to neutralise the mixt. at pH 7. The obtd. aq. soln. contg. alpha-SF was concentrated by flash evapn. at 120 deg.C; 60 % alpha-SF conc. soln. contg. 0.9 wt.% of alcohol was obtd.

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-164301

(43)公開日 平成8年(1996)6月25日

| (51)Int.Cl. ⁵ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|--------------------------|------|-----------|-----|--------|
| B 0 1 D 1/00 | | Z 9344-4D | | |
| | 3/06 | Z 9344-4D | | |
| C 1 1 D 1/28 | | | | |

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 6 頁)

| | | | |
|----------|------------------|---------|--|
| (21)出願番号 | 特願平6-332616 | (71)出願人 | 000006769 ライオン株式会社 東京都墨田区本所1丁目3番7号 |
| (22)出願日 | 平成6年(1994)12月13日 | (72)発明者 | 田野 哲雄 東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内 |
| | | (72)発明者 | 吉屋 昌久 東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内 |
| | | (72)発明者 | 田中 克典 東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内 |
| | | (74)代理人 | 弁理士 白村 文男 |

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 界面活性剤溶液の濃縮方法

(57)【要約】

【構成】 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩等の界面活性剤、低級アルコール、水などを含む界面活性剤溶液を濃縮化するに際し、原料界面活性剤溶液をフラッシュ蒸発させて蒸発物と濃縮物とに分離し、回収された濃縮物の一部を循環させて原料界面活性剤溶液と混合し再度フラッシュ蒸発に供するリサイクルフラッシュ法を用い、原料界面活性剤溶液と循環物との混合物を沸点以上の温度に維持しながら、原料界面活性剤溶液の供給量と濃縮物の循環量との比(循環量/供給量)として表わされるリサイクル比を8以上に設定して濃縮処理を施す。

【効果】 界面活性剤溶液を効率的に濃縮でき、リサイクルフラッシュ蒸発機は設備費、ランニングコストが安価である。漂白工程において混入する低級アルコールを含有する α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩水溶液の濃縮化に対して適用することができる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 界面活性剤溶液を濃縮化するに際し、原料界面活性剤溶液をフラッシュ蒸発させて蒸発物と濃縮物とに分離し、回収された濃縮物の一部を循環させて原料界面活性剤溶液と混合し再度フラッシュ蒸発に供するリサイクルフラッシュ法を用い、原料界面活性剤溶液と循環物との混合物を沸点以上の温度に維持しながら、原料界面活性剤溶液の供給量と濃縮物の循環量との比（循環量/供給量）として表わされるリサイクル比を8以上10に設定して濃縮処理を施すことを特徴とする界面活性剤溶液の濃縮方法。

【請求項2】 原料界面活性剤溶液が界面活性剤としての α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩と、炭素数1～12のアルコールおよび水を含有する請求項1に記載の界面活性剤溶液の濃縮方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩等の界面活性剤溶液を濃縮する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】アニオン界面活性剤は、工業的には中和により得られた水溶液として提供される。一般に界面活性剤溶液のA1濃度（有効成分濃度）は製造装置、輸送時及び包装材料等の経済的見地からできるだけ高濃度であることが望ましく、更にハンドリング性の面から、より低粘度のものが要求されている。このような理由から、アルキルベンゼンスルホン酸塩などの界面活性剤は高濃度スラリーとして用いるのが有利である。

【0003】しかし、一般に界面活性剤を50重量%以上含む高濃度スラリーとすると粘度が増大し取扱い上の支障をきたすので、これまでにアルキルベンゼンスルホン酸塩、 α -オレフィンスルホン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩などの高濃度スラリーの低粘度化技術が種々提案されてきた。たとえば、塩化ナトリウムのようなハロゲン無機塩を添加する方法（USP3954679号明細書）、ポリエチレングリコールを添加する方法（特開昭50-116383号公報）、過剰のアルカリとアルキレンオキシドを添加する方法（特昭55-16504号公報）などである。

【0004】しかしながら、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩は、アルキルベンゼンスルホン酸塩等とは粘度に関する挙動が大きく異なるため、これら従来技術を用いても高濃度スラリーの粘度を有効に低下させることができないとされていた。

【0005】すなわち、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩水溶液の粘度は、濃度が約20～30重量%以上から急激に上昇し、更に濃度が高くなればゲルを形成し、流動性が全く失われる場合さえある。この溶液を更に濃縮していると、濃度が約50重量%から粘度はやや

減少しはじめ約60重量%前後で300～400ポイズの多少流動性をもつ状態となるが、その後はまた粘度が上がりはじめ、やがて固体状の α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩へと変化していく。

【0006】しかしながら、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステルを中和して得られる α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩は耐硬水性が良好であるうえ洗浄力も非常に優れ、また皮膚に対してもマイルドであるなどの特徴を有し洗浄用界面活性剤として有用なものである。他のアニオン界面活性剤と同様に高濃度スラリーの低粘度化技術が望まれていた。

【0007】この問題については、特公平1-42320号公報により α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩と低級アルコールサルフェートとの量を一定範囲にすることにより粘度が低く取り扱いの容易なスラリーが得られることが見い出され解決されるに至った。また、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩にはもう1つの解決すべき技術課題があった。

【0008】 α -スルホ脂肪酸アルキルエステルは、高級アルコールや α -オレフィンなどとは異なり、そのスルホン化反応速度が遅いため、所定のスルホン化反応率を得るためには苛酷な反応条件でスルホン化することが必要となる。そのため得られるスルホン化物、即ち α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩は著しく着色し淡色のものを得ることができない。そこで種々の漂白方法が提案されており、特公平1-41138号公報に提案されたような低級アルコールの存在下で漂白する方法によれば、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩の色調を大幅に改善することが可能となった。

【0009】しかしながら、上記の方法で得られたものは低級アルコールを含有しており、さらには異臭があるため、活性剤として使用するためには漂白後の α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩から低級アルコールを所望量以下まで除去するとともに脱臭することが必要であった。

【0010】このように、スルホン化・漂白・中和工程を経て得られる α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩水溶液は高濃度化するとともにアルコールの除去、脱臭が必要となるが、前述の如く α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩高濃度スラリーの低粘度化技術が開発されたので、原理的には直鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩などの他のアニオン界面活性剤と同様に濃縮化処理、脱アルコール処理を施すことが可能となった。

【0011】しかしながら、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩水溶液等のアニオン界面活性剤溶液を強制攪拌式薄膜蒸発機を用いて濃縮化あるいはアルコールの除去を行なおうとすると、設備コストが高くなるという問題があった。

【0012】一方、安価な濃縮法としては、蒸発法、フラッシュ蒸発法が知られているが、必ずしも効率的でな

3

く、特に α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩水溶液を濃縮化するとともにアルコール除去する際には満足のいく結果が得られなかった。

【0013】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、設備が安価なフラッシュ蒸発法により界面活性剤溶液を効率的に濃縮することを目的とする。

【0014】

【課題を解決するための手段】本発明の界面活性剤溶液の濃縮方法は、界面活性剤溶液を濃縮化するに際し、原料界面活性剤溶液をフラッシュ蒸発させて蒸発物と濃縮物とに分離し、回収された濃縮物の一部を循環させて原料界面活性剤溶液と混合し再度フラッシュ蒸発に供するリサイクルフラッシュ法を用い、原料界面活性剤溶液と循環物との混合物を沸点以上の温度に維持しながら、原料界面活性剤溶液の供給量と濃縮物の循環量との比（循環量/供給量）として表わされるリサイクル比を8以上に設定して濃縮処理を施すことを特徴とする。

【0015】

【発明の実施態様】以下、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩水溶液の例を挙げて本発明を詳細に説明する。スルホン化の出発原料として用いられる脂肪酸アルキルエステルとしては、以下の化1の一般式(1)で表わされるものが好適であり、飽和脂肪酸のアルキルエステルが好ましい。

【0016】

【化1】 RCH_2COOR' ... (1)

(R:炭素数6~20、好ましくは10~16の直鎖ないしは分岐のアルキル基またはアルケニル基

R':炭素数1~6、好ましくは1~3の直鎖ないしは分岐のアルキル基)

【0017】この脂肪酸アルキルエステルは、牛脂、魚油、ラウリンなどから誘導される動物系油脂由来の脂肪酸、ヤシ油、パーム油、大豆油などから誘導される植物系油脂由来の脂肪酸、 α -オレフィンのオキシ法から誘導される合成脂肪酸のエステルなどのいずれでもよく、特に限定されない。また、その具体例としては、ラウリン酸メチル、エチルまたはプロピル、パルミチン酸メチルまたはエチル、ステアリン酸メチルまたはエチル、硬化牛脂脂肪酸メチルまたはエチル、ヤシ油脂肪酸メチルまたはエチル、パーム油脂肪酸メチルまたはエチル、硬化魚油脂肪酸メチルまたはエチル、ラウリン酸メチルまたはエチルなどが挙げられる。これらは単独であるいは混合して使用してもよく、また、スルホン化物の色調を良くするためには、できるだけヨウ素価が低い方がよく、好ましくはヨウ素価が1以下の脂肪酸アルキルエステルを使用する。

【0018】脂肪酸アルキルエステルのスルホン化は、スルホン化剤、たとえば不活性ガスで希釈した無水硫酸を1.0~2.0のモル比で用いて、通常50~100

4

での温度で行なわれる。スルホン化方法としては薄膜式スルホン化方法、槽型スルホン化方法などいずれもが採用できるが、流下フィルム反応器または多段階スルホン化カスケードを用いてスルホン化反応を行なうことが望ましい。

【0019】ついで、スルホン化物は熟成されスルホン化が完結する。この熟成は60~100℃で10~80分攪拌して行なうのが好ましい。熟成はスルホン化粗製物をループ型反応器、攪拌タンクのカスケードまたは攪拌機付き縦型熟成管等の熟成反応器中に、上記時間留めることにより行なうことが好ましい。

【0020】漂白処理は、スルホン化処理（熟成工程も含む）によって得られた α -スルホ脂肪酸エステルを直接、あるいは中和により α -スルホ脂肪酸エステル塩とした後に漂白剤により処理することによって実施することができる。

【0021】漂白は、アルコールの存在下に過酸化水素を添加して行なわれ、副生する低級アルコールサルフェートの量が α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩に対して5~15重量%となるように制御する。

【0022】本発明で用いられる過酸化水素としては、工業的に供給される35%、50%、60%等の過酸化水素水を使用することができ、通常35%の過酸化水素水が取り扱い性、保管上の点で好適である。

【0023】漂白処理時の過酸化水素(H_2O_2)の添加量は、脂肪酸アルキルエステルのスルホン化物100重量部に対して0.5~10重量部が好適であり、好ましくは1~5重量部である。この量が0.5重量部未満では漂白効果が十分でない。一方、10重量部を超えても漂白効果は変わらず、かえって過酸化水素の分解による漂白混合物の容積増大を招く。

【0024】本発明の漂白処理時に共存されるアルコールとしては、炭素数1~12のものが用いられ、具体的にはメチルアルコール、エチルアルコール、 n -または i -s-o-プロピルアルコール、 n -、 i -s-o-または t -e-r-ブチルアルコール、1-, 2-, 3-ペンタノール、 n -ヘキサノール、グリセリン、エチレングリコール、オクチルアルコール、ラウリルアルコール等の直鎖ないし分岐の一価または多価アルコールを使用できる。

【0025】これらのアルコールの使用量は、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル100重量部に対し、0.5~30重量部が好適であり、好ましくは1~20重量部である。この使用量が0.5重量部より少ないと添加による漂白効果が十分でなく、一方、使用量が多い場合はスルホン酸の純度低下の原因となるので、20重量部以下が適当である。アルコールを添加することにより、漂白混合物の粘度が低下し、また、凝固点も低下する等、取扱いが容易となる。

【0026】漂白物は、例えば水酸化ナトリウムあるいは水酸化カリウムの5~50重量%水溶液などで中和さ

れ、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩水溶液が得られる。得られた α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩水溶液は、A1濃度が低く、また、多量の低級アルコールを含み、臭気も有する。

【0027】そこで、本発明では、リサイクルフラッシュ法を用いて処理し、濃縮化するとともに、低級アルコールを除去し（典型的には1重量%以下まで）、臭気も改善する。

【0028】この濃縮化対象となる原料界面活性剤水溶液は、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩を30～55重量%含み、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩に対して低級アルコールサルフェートを5～15重量%および炭素数1～12のアルコールを8～40重量%含むことが望ましい。この成分調整は、漂白時のアルコールの添加量によって行なうことができ、また、濃縮に先立って各成分を添加して行なってもよい。

【0029】原料界面活性剤水溶液の組成を上記のように調整することにより、低級アルコール除去時に高粘度域を経ずに効率よく低級アルコールの除去、脱臭を行なうとともに、A1濃度を高めて濃縮化することができる。

【0030】図1は本発明では採用されるリサイクルフラッシュ蒸発法について示す説明図である。原料界面活性剤水溶液は、加熱器11で沸点以上に加熱されて、圧力コントロールバルブ13を経て、フラッシュ缶15内にフラッシュされる。フラッシュ出口の圧力は常圧でもよいが、好ましくは加圧とする。加圧とすることにより、加熱器11の内部での蒸発が抑えられ、フラッシュ蒸発が効率的になる。また、フラッシュ出口にノズルなどを付けて微粒化させ低級アルコールをより効率的に蒸発させてもよい。

【0031】フラッシュ缶15内にフラッシュさせると、水および低級アルコールは蒸発し、凝縮器19で凝縮されて凝集水として回収される。一方、濃縮物がフラッシュ缶15の底部から回収される。本発明では、この濃縮物の一部を循環ポンプ17により循環ループ内に循環し、供給されてくる原料界面活性剤水溶液と合わせて混合し、この混合物を加熱器11で沸点以上に加熱し、圧力コントロールバルブ13を経て再びフラッシュ缶15内にフラッシュする。上記混合物の沸点は、加熱される圧力によって変動するが、それに相応して加熱器11では混合物の温度が沸点以上となるように加熱することが重要である。この温度が沸点に至らないと、低級アルコールの残存量が多く臭気が残る、また、得られる濃縮物の粘度が高く十分な濃縮化が不可能となる。

【0032】また、フラッシュ蒸発のために供給される原料界面活性剤水溶液の量を供給量とし、循環されてくる濃縮物の量を循環量としたとき、以下の数1でリサイクル比が定義される。

【0033】

【数1】

循環量

リサイクル比=———

供給量

【0034】すなわち、リサイクル比は、フラッシュ蒸発に供される混合物における原料界面活性剤水溶液と循環濃縮物との混合比である。

【0035】本発明では、このリサイクル比を8以上とすることが重要である。リサイクル比を8以上とすることにより、高粘度域を経ないで、低粘度域での安定な操作が可能となり、低級アルコール含有が少なく、臭気が改善され、しかも、十分に濃縮化された α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩水溶液が得られる。

【0036】以上の説明では、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩水溶液の濃縮について説明したが、本発明の濃縮化方法はこれに限定されず、他の界面活性剤溶液の濃縮にも用いることができる。

【0037】

【発明の効果】本発明によれば、リサイクル比を8以上とし沸点以上の温度でリサイクルフラッシュ蒸発を行なうことにより、界面活性剤溶液を効率的に濃縮できる。リサイクルフラッシュ蒸発機は設備費、ランニングコストが安価であり、本法は工業的に優れた濃縮化方法である。

【0038】また、漂白工程において不可避免的に混入する炭素数1～12の低級アルコールと低級アルコールサルフェートを含有する α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩水溶液の濃縮化に対して本発明方法は好適に用いることができ、十分にアルコールが除去され、臭気がなく、低粘度でハンドリングが容易な高濃度 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩水溶液が得られる。

【0039】

【実施例】

実施例1～5

パーム油をメチルアルコールでエステル交換して得たパーム油脂肪酸メチルエステルを分留し、C12、C14、C16、C18の飽和脂肪酸メチルエステルを得た。C12については常法により水洗操作を行ないヨウ素価を0.2とした。これらをC12：10、C14：25、C16：55、C18：10重量%の割合で混合した飽和脂肪酸メチルエステル（ヨウ素価＝0.4）を流下型薄膜反応器を用いて、脱湿した空気中で7%に希釈したSO₂ガスで反応モル比（SO₂／飽和脂肪酸エステル）＝1.2、反応温度80℃の条件にてスルホン化し、スルホン化粗生成物を得た。得られたスルホン化粗生成物を、平均滞留時間20分の二重管型ジャケット付きのループ式熱成管に導入した。このループ式熱成管を3基連続して繋ぎ、平均滞留時間を60分とし、また、十分な攪拌と一定温度を保持するために、線速0.16m/secでループ式熱成管内を流し、設定温度80℃に対して実際の温度は

7

78～82℃で制御熱成反応を行なってスルホン化を完結し、 α -スルホ脂肪酸メチルエステルを得た。

【0040】得られた α -スルホ脂肪酸メチルエステル100重量部に対してメタノールを30重量部導入した後、この混合物と35%過酸化水素水8.6重量部を、混合ミキサーと熱交換器を備えた連続ループ式反応器に導入して80℃、平均滞留時間20分で漂白を行ない、さらに同条件で連続して第2段、第3段のループ式反応器に導入して漂白を行なった。

【0041】次に13.6%NaOH水溶液と上記の漂白処理物を混合ミキサーと熱交換器とを備えたループ型連続中和装置に導入してpHを7に調整し、中和物として α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩水溶液を得た。*

表1：濃縮化条件および評価結果

| | 実施例 比較例 | | 実 施 例 | | | | |
|---------------------|---------|-----|-------|-----|-----|-----|-----|
| | 1 | 1 | 2 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 原料界面活性剤水溶液 | | | | | | | |
| α -SF(wt%)*1 | 40 | 40 | 40 | 45 | 50 | 55 | 45 |
| 低級アルコールサルフェート(wt%) | 3 | 3 | 3 | 4 | 4 | 4 | 4 |
| 低級アルコール(wt%) | 12 | 12 | 12 | 10 | 10 | 12 | 14 |
| 色調 | 70 | 70 | 70 | 75 | 80 | 80 | 72 |
| フラッシュ条件 | | | | | | | |
| 加熱器温度(℃) | 120 | 90 | 120 | 120 | 120 | 120 | 140 |
| フラッシュ前液温(℃) | 105 | 85 | 105 | 120 | 120 | 120 | 140 |
| リサイクル比 | 10 | 10 | 6 | 10 | 12 | 15 | 10 |
| 加熱器内圧力 | 常圧 | 常圧 | 常圧 | 加圧 | 加圧 | 加圧 | 加圧 |
| 沸点(℃) | 105 | 105 | 105 | 120 | 120 | 120 | 140 |
| 濃縮物 | | | | | | | |
| α -SF* (wt%) | 60 | 55 | 57 | 68 | 72 | 75 | 70 |
| 低級アルコール(wt%) | 0.9 | 3.5 | 2.7 | 0.7 | 0.6 | 0.5 | 0.6 |
| 色調 | 45 | 60 | 53 | 45 | 47 | 43 | 45 |
| 臭気 | ○ | × | × | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 粘度(ポイズat90℃) | 70 | 200 | 250 | 40 | 20 | 65 | 35 |
| 総合評価 | ○ | × | × | ○ | ○ | ○ | ○ |

*1) α -SF： α -スルホ脂肪酸メチルエステルナトリウム

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のリサイクルフラッシュ蒸発法について示す説明図である。

【符号の説明】

11 加熱器

*【0042】この α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩水溶液を原料界面活性剤水溶液として用い、図1に示した装置でリサイクルフラッシュ蒸発を行ない、低級アルコールの除去および濃縮化を行なった。

【0043】原料界面活性剤水溶液の組成を調整し、種々のフラッシュ条件で濃縮化を行ない、その結果を表1に示した。色調の測定は α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩として5%の水溶液を調製し、Klett Summerson社製の光度計で測定し、測定値で示した。

【0044】

【表1】

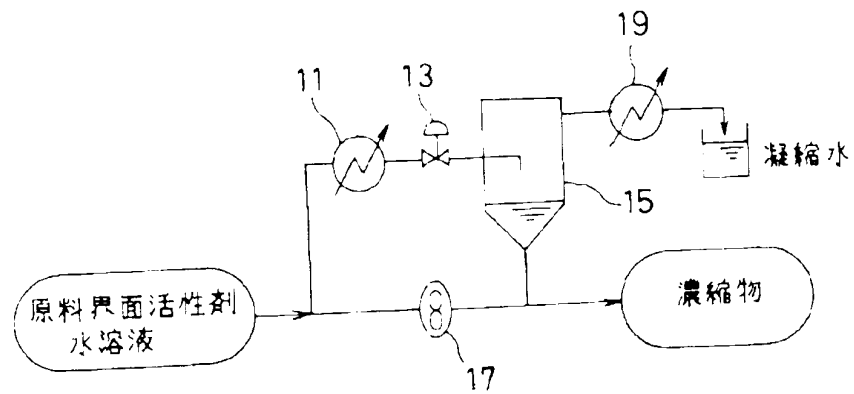
13 圧力コントロールバルブ

15 フラッシュ缶

17 循環ポンプ

19 凝縮器

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 永合 一雄
東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内